

JP 03 197594

ABSTRACT

AN - 1991-298847 [41]
AXR - API 9112644
XA - C1991-129326
TI - Light and heat stable lubricating base oil for engine - formed by removing fraction with b pt. 484-485 deg C. from light oil
DC - H04 H07
PA - (IDEX) IDEMITSU KOSAN CO LTD
NP - 2
NC - 1
PN - JP03197594 A 19910828 DW1991-41 *
AP: 1989JP-0335199 19891226
JP95086198 B2 19950920 DW1995-42 C10M-101/02 4p
FD: Based on JP3197594
AP: 1989JP-0335199 19891226
PR - 1989JP-0335199 19891226
IC - C10M-101/02 C01G-071/04 C10G-047/12 C10G-050/02 C10G-067/14
C10N-020/00 C10N-020:02 C10N-070:00
AB - JP03197594 A
Lubricating base oil contains no fractions of b.pts. of 484-488 deg. C and has a viscosity index of at least 105.
- The base oil is prepd. by removing fractions of 484-488 deg.C b.pts. from the residual oil of 280 deg.C or higher b.pt. obtd. by hydrocracking heavy light oil and/or reduced-pressure light oil; dewaxing; and solvent extraction.
- USE/ADVANTAGE - The method provides e.g. a base oil having a kinematic viscosity at 40 deg. C of about 20 cSt and a viscosity index as high as 110 or higher, suitable for engine oils. The base oil is also has high stability to light and heat. In an example, the hydrocracking is usually done at 70-150 kg/cm², 350-430 deg.C, 0.2-3 hr⁻¹ liq. space velocity, and 500-2000 Nm³/kl hydrogen supply in the presence of an ordinary hydrocracking catalyst, such as Ni, W, Mo, and/or Co supported with alumina or silica-alumina support. The order of the treating processes is optional. A distillation process is opt. added. (5pp Dwg.No.O/O)

BEST AVAILABLE COPY

⑫ 公開特許公報(A) 平3-197594

⑬ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成3年(1991)8月28日

C 10 M 101/02
 C 10 G 47/12
 67/14
 71/04
 // C 10 N 20:00
 20:02
 70:00

8217-4H
 2115-4H
 2115-4H
 2115-4H
 8217-4H
 A

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全5頁)

⑮ 発明の名称 潤滑油基油およびその製造方法

⑯ 特 願 平1-335199

⑰ 出 願 平1(1989)12月26日

⑱ 発 明 者 伊 勢 谷 昭 千葉県君津郡袖ヶ浦町上泉1280番地 出光興産株式会社内
 ⑲ 発 明 者 安 西 久 夫 千葉県君津郡袖ヶ浦町上泉1280番地 出光興産株式会社内
 ⑳ 出 願 人 出光興産株式会社 東京都千代田区丸の内3丁目1番1号
 ㉑ 代 理 人 弁理士 久保田 藤郎

明 細 書

1. 発明の名称

潤滑油基油およびその製造方法

2. 特許請求の範囲

- (1) 少なくとも沸点が484～488℃の留分を含まず、かつ粘度指数が105以上である潤滑油基油。
 (2) 重質軽油および／または減圧軽油を水素化分解して得られる、沸点が280℃以上の残渣油について、少なくとも沸点が484～488℃の留分を除去する処理、脱ろう処理および溶剤抽出処理を行なうことを特徴とする請求項1記載の潤滑油基油の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、工業用、自動車用の潤滑油基油として好適な潤滑油基油およびその製造方法に関し、詳しくは高い粘度指数を有すると共に、光安定性、熱安定性に優れた潤滑油基油およびこれを効率的に製造する方法に関する。

〔従来の技術及び発明が解決しようとする課題〕

従来、水素化分解法、あるいは溶剤精製法によって得られる潤滑油基油の光安定性、熱安定性は必ずしも充分ではなく、特に軽質油潤滑油基油について顕著であった。これは、微量に存在する多環芳香族化合物が要因となっているものと考えられている。

このような多環芳香族化合物を除去する方法として、溶剤精製と水素化仕上げを組み合わせた方法が提案されている。

しかしながら、この方法では充分に多環芳香族化合物を除去することはできず、しかも性能の大きな目安となる粘度指数が低いという欠点があった。

そこで、この欠点を解消するため、低粘度の原料油を用い、これを水素化処理することによって減圧軽油脱硫油を得る方法が知られている（特公昭57-17912号公報）。

しかしながら、この方法は脱硫に主眼が置かれているため、潤滑油基油としては充分な精製がな

されておらず、その後、溶剤精製処理を行なっても粘度指数が低いという問題は解決されていない。

このため重質軽油を水素化分解して得られる重質軽油水素化分解油を用いることが考えられる。

この重質軽油水素化分解油は、多環芳香族化合物の量は減圧軽油脱硫油よりもかなり少なく、しかも粘度指数も高く、更なる精製処理はあまり必要としないものの、微量の多環芳香族化合物が存在するため、光安定性、熱安定性が充分でないという問題がある。

本発明は、このような従来の問題点を解消し、高い粘度指数を有すると共に、光安定性、熱安定性に優れた潤滑油基油およびこれを効率的に製造する方法を提供することを目的とするものである。
(課題を解決するための手段)

すなわち本発明は、第1に、少なくとも沸点が484～488℃の留分を含まず、かつ粘度指数が105以上である潤滑油基油を提供するものである。

本発明の第1における潤滑油基油は、上記の如く、少なくとも沸点が484～488℃の留分、好ま

しくは482～490℃の留分を含まないものである。この範囲の留分を含んだものであると、光安定性、熱安定性に劣るものとなり好ましくない。

さらに、本発明の第1における潤滑油基油は、粘度指数が105以上、特に107以上のものであることが必要である。ここで粘度指数が105未満のものであると、温度による粘度の変化が大きくなり、好ましくない。本発明の第1における潤滑油基油は、粘度指数が105以上のものであるため、温度による粘度の変化が小さく、例えばエンジンオイル等として好適なものとなっている。

また、本発明の第1における潤滑油基油は、40℃での動粘度が7～45 cSt、好ましくは9～35 cStのものである。

本発明の第1における潤滑油基油は、上記の如きものであればよく、その製造方法は問わないが、特に以下に示す本発明の製造方法により得られる潤滑油基油が好ましい。

すなわち本発明は第2に、重質軽油および／または減圧軽油を水素化分解して得られる、沸点が

3

280℃以上の残渣油について、少なくとも沸点が484～488℃の留分を除去する処理、脱ろう処理および溶剤抽出処理を行なうことを特徴とする、上記本発明の第1における潤滑油基油の製造方法を提供するものである。

本発明の方法に用いることのできる原油は、製造すべき軽質潤滑油基油の種類、水素化分解処理等の条件の選定に応じて適宜定めればよく、特に制限はないが、通常はクウェート、アラビアンライト、マーバン等の原油をそれぞれ単独で或いは2種以上を混合して用いる。

本発明の方法においては、上記原油を常圧蒸留装置にかけて得られる重質軽油、またはその残渣油をさらに減圧蒸留装置にかけて得られる減圧軽油を、それぞれ単独で或いは混合して原料油として用いる。

本発明の方法では、上記原料油をまず水素化分解処理する。

この水素化分解処理は、圧力70～150 kg/cm²、好ましくは80～130 kg/cm²、温度350～430℃、

4

好ましくは370～425℃、液空間速度0.2～3hr⁻¹、好ましくは0.5～1.5hr⁻¹、水素供給量500～2000 Nm³/kl、好ましくは700～1300 Nm³/klの条件で行なえばよい。また、触媒としてはアルミナあるいはシリカーアルミナ担体に、ニッケル、タングステン、モリブデン、コバルト等の金属を担持した通常の水素化分解用触媒を用いればよい。

この水素化分解処理により、性能の大きな目安となる粘度指数を高いものとして行うことができる。

このようにして水素化分解処理した留分を、低沸点留分と、沸点280℃以上の留分とに分留し、沸点280℃以上の留分(残渣油)を、次工程の原料油とする。この際の原料油の粘度は、50℃で8～20 cStの範囲が好ましい。

本発明の方法では、このようにして得られる沸点が280℃以上の残渣油について、少なくとも沸点が484～488℃の留分を除去する処理、脱ろう処理および溶剤抽出処理を行なうものである。なお、沸点が484～488℃の留分の除去は、通常、蒸留によって行なわれるが、この蒸留以外にさら

5

6

に蒸留処理（後記している）を加えてもよい。

これらの処理の順序は、特に限定はされない。しかし、溶剤抽出処理は、脱ろう処理や蒸留処理の後に行なうことが望ましい。これは、脱ろう処理や蒸留処理を行なう前に、溶剤抽出処理を行なっても、原料油中のろう分や不安定物質を充分に除去することはできないからである。

したがって、通常は脱ろう処理後に蒸留処理を行ない、次いで溶剤抽出処理を行なうことが望ましい。なお、少なくとも沸点が484～488℃の留分を除去する処理操作は、いずれの処理操作の前後であってもよい。

まず、少なくとも沸点が484～488℃の留分を除去する処理操作について述べると、ここでは、重質軽油および／または減圧軽油を水素化分解して得られる、沸点が280℃以上の残渣油について（勿論このものが上記の脱ろう処理、蒸留処理および溶剤抽出処理のいずれかを行なったものであってもよいことは、前記した通りである。）、沸点が484～488℃の留分、好ましくは482～490

℃の留分を蒸留、好ましくは精密蒸留により分留除去するわけである。ここで単なる蒸留の場合には精密蒸留に比べると、留出巾が大きくなり、収率が減少する。また、精密蒸留としては、公知の装置を用いて行なうことができ、例えば2本以上の蒸留塔からなる装置を用いて行なう。この精密蒸留においては、特に484～488℃の留分を中間留分として除去する場合に、特に収率高く得る方法として通している。

このようにして特定の範囲の留分を除去することにより、不安定成分が除去される。

なお、ここで単なる蒸留を行なう場合には、別途行なわれる蒸留処理操作（後記している）を同時に行なってもよい。

この結果、484℃以下の留分および490℃を超える留分、あるいは484℃以下の留分が、他の処理操作に供せられることになる。

本発明の方法では、上記した如き操作、すなわち水素化分解油について、特定の範囲の留分を除去する操作を行なう点にとりわけ特色があり、脱

7

ろう処理および溶剤抽出処理については、いずれも既知の手法であってもよい。

まず脱ろう処理は、メチルエチルケトン・トルエン等の混合溶剤などを用いて行なう溶剤脱ろう法であってもよいし、或いは特定の触媒の存在下ノルマルパラフィンを選択分解する水素化脱ろう法のいずれの方法であってもよい。

また蒸留処理は、公知の減圧蒸留法を用いて行なえばよい。

この蒸留処理により、粘度の調整および引火点の調整のため、低沸点留分または高沸点留分、或いは両方の留分を除去する。そして目的に応じて40℃の粘度が、7～45cStの留分を得る。なお、場合によっては、ここで少なくとも沸点が484～488℃の留分を除去する操作を同時に行なってもよい。

さらに溶剤抽出処理は、公知の溶剤を適宜選定して行なえばよく、例えば芳香族親和性の溶剤、より具体的にはフェノール、フルフラール、N-メチル-2-ピロリドン等が好適に用いられる。

8

例えばフルフラールを溶剤として用いる場合、溶剤対油比は、0.5～4、塔頂温度は60～110℃、塔底温度は40～80℃の条件で行なうことが好ましい。

以上の処理操作を行なうことにより、本発明の第1における潤滑油基油を製造することができる。（実施例）

次に本発明の実施例を示すが、本発明の範囲を超えない限り、これらに限定されるものではない。
実施例1

原油として、マーバンおよびアラビアンライト4対6の混合油を、常圧蒸留装置にかけて得られる重質軽油と、その残渣油をさらに減圧蒸留装置にかけて得られる減圧軽油との混合油（重質軽油5対減圧軽油5の割合）を、反応圧力90kg/cm²、温度385℃、液空間速度0.9hr⁻¹、水素供給量900Nm³/klの条件で、アルミナ担体に、酸化ニッケルと酸化モリブデンを担持した触媒を用いて水素化分解し、得られた留分を分留し、沸点が280℃以上の留分を得た。

9

10

これを二段の精密蒸留によって、沸点が482 ~ 490 °C の留分を除去し、沸点が280 ~ 482 °C の留分および490 °C 以上の留分を得た。

次いで、混合物をメチルエチルケトン-トルエンの混合溶剤を用いて、既知の方法で脱ろう処理した。

さらに、脱ろう油を減圧蒸留処理し、動粘度(40 °C) が約20cSt の留分を得た。

最後に、フルフラールを用いて溶剤抽出処理を行ない、第1表に示す性状の潤滑油基油を得た。

得られた潤滑油基油の光安定性および熱安定性の結果を第1表に示す。

比較例 1

実施例 1 において、精密蒸留によって、沸点が482 ~ 490 °C の留分を除去する操作を行なわなかったこと以外は、実施例 1 と同様に行なった。結果を第1表に示す。

比較例 2

実施例 1 において、水素化分解の代わりに反応圧力55 kg/cm²、温度350 °C、液空間速度1.5hr⁻¹、

水素供給量400 Nm³/kl の条件で、アルミナ担体に、酸化モリブデン、酸化コバルトを担持した触媒を用いて水素化処理を行なったこと以外は、実施例 1 に準じて行ない、潤滑油基油を得た。

得られた軽質潤滑油基油の性状と、光安定性および熱安定性の結果を第1表に示す。



1 1

第1表

| | 実施例-1 | 比較例-1 | 比較例-2 |
|--------------------------|--------|--------|--------|
| 密度15°C g/cm ³ | 0.8401 | 0.8414 | 0.8631 |
| 動粘度40°C cSt | 20.10 | 20.23 | 22.33 |
| 粘度指数 | 114 | 114 | 96 |
| 光安定性*1 | ○ | × | △ |
| 熱安定性*2 | ○ | △ | ○ |

* 1 : 特開平1-94241 号公報に記載されている光劣化促進試験装置による72時間後の評価

* 2 : JIS K 2540に準拠(170°C, 12 時間後の評価)

なお、いずれも試験後の試料油が透明の場合を合格として○で示し、不合格はその程度により、曇りがある場合には△、沈澱物がある場合は×で示した。

第1表から明らかなように、実施例 1 により得られた潤滑油基油は、沸点が482 ~ 490 °C の留分を除去する操作を行なわなかった比較例 1 により得られた潤滑油基油に比べ、光安定性および熱安

1 2

定性が大幅に向上していることが判る。さらに、実施例 1、比較例 1 とともに、水素化処理して得られた潤滑油基油の比較例 2 よりも、粘度指数が大幅に高くなっていることが判る。

実施例 2

実施例 1 において、精密蒸留によって、沸点が482 ~ 490 °C の留分を除去する操作を、脱ろう処理と、蒸留処理との間で行なったこと以外は、実施例 1 と同様に行なった。結果を第2表に示す。

実施例 3

実施例 1 において、精密蒸留によって、沸点が482 ~ 490 °C の留分を除去する操作を、蒸留処理と、溶剤抽出処理との間で行なったこと以外は、実施例 1 と同様に行なった。結果を第2表に示す。

実施例 4

実施例 1 において、精密蒸留によって、沸点が482 ~ 490 °C の留分を除去する操作を、溶剤抽出処理の後で行なったこと以外は、実施例 1 と同様

1 3

1 4

にして行なった。結果を第2表に示す。

第2表

| | 実施例-2 | 実施例-3 | 実施例-4 |
|--------------------|--------|--------|--------|
| 密度15℃ g/ cc | 0.8403 | 0.8398 | 0.8397 |
| 動粘度40℃ cSt | 20.12 | 20.13 | 20.08 |
| 粘度指数 | 113 | 114 | 114 |
| 光安定性 ^{*1} | ○ | ○ | ○ |
| 熱安定性 ^{*2} | ○ | ○ | ○ |

- * 1 : 特開平1-94241 号公報に記載されている
光劣化促進試験装置による72時間後の評価
- * 2 : JIS K 2540に準拠(170℃, 12 時間後の評価)

なお、いずれも試験後の試料油が透明の場合を合格として○で示し、不合格はその程度により、曇りがある場合には△、沈殿物がある場合は×で示した。

上記実施例2～4に示される如く、沸点が482～490℃の留分を除去する操作を、実施例1の位置より横々に移動した場合であっても、光安定性

および熱安定性に变化はなく、かつ高い粘度指数を維持していることが判る。

(発明の効果)

本発明によれば、例えば実施例に示されるように、40℃の動粘度が約20cStの基油で110以上と高い粘度指数を有する潤滑油基油が得られる。このため温度による粘度の変化が少なく、エンジンオイル等として好適に用いることができる。

さらに、本発明によれば、光安定性、熱安定性に優れた潤滑油基油が得られる。

また、本発明の方法によれば、このような潤滑油基油を効率良く製造することができる。

特許出願人 出光興産株式会社

代理人 弁理士 久保田 藤 郎



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)